

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-314727

(43)Date of publication of application : 13.11.2001

(51)Int.Cl.

B01D 53/14

B01D 53/22

B01D 63/02

C01B 21/04

(21)Application number : 2000-135593

(71)Applicant : TAISEI KAKEN:KK

(22)Date of filing : 09.05.2000

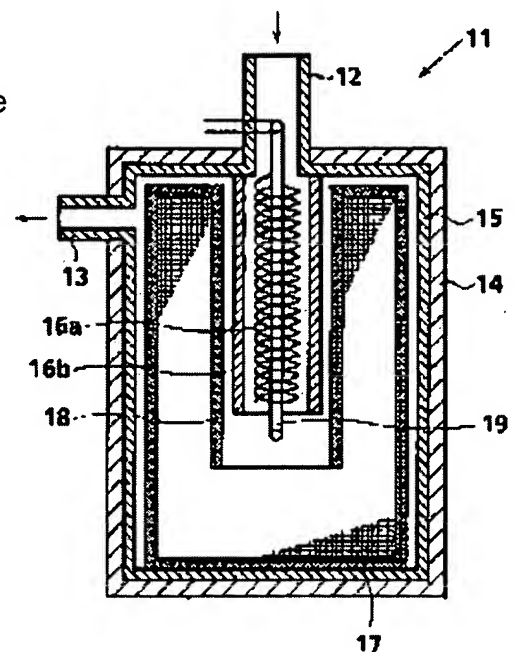
(72)Inventor : MATSUBARA YOSHIMASA

(54) PROCESS AND DEVICE FOR REMOVING OXYGEN FROM OXYGEN CONTAINING INERT GAS

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To produce an insert gas such as nitrogen having extremely reduced oxygen concentration with a device having a simple and convenient structure.

SOLUTION: This process comprises steps of: heating an inert gas having a ≤ 1 vol.% oxygen concentration; and subsequently, while maintaining the inert gas temperature at an appropriate level, passing the inert gas through the inside of a deoxidation cylinder packed with an easily oxidizable material so as to bring the inert gas into contact with the easily oxidizable material, to remove oxygen from the oxygen containing inert gas; wherein examples of materials capable of being used as the easily oxidizable material are powdery carbon, fibrous or rodlike carbon, porous carbon formed bodies, fibrous or rodlike reduced iron, powdery reduced iron and porous reduced iron formed bodies.



* NOTICES *

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] While an oxygen density heats the inert gas below 1 volume % and subsequently keeps this inert gas warm The reduced iron of the shape of the carbon of the shape of carbon powder, fibrous, or a rod, a porous carbon molding object, fibrous, or a rod, How to remove oxygen from the oxygen content inert gas characterized by passing the interior of the deoxidation cylinder by which it fills up with at least reduced iron powder and a kind of easy-oxidizable ingredient chosen from from among porous reduced iron molding objects, making this easily-oxidizable ingredient contact.

[Claim 2] The removal approach of the oxygen from the oxygen content inert gas according to claim 1 characterized by filling up with this easy-oxidizable ingredient in the cassette which has the porous outside side face prepared independently, and holding this cassette in a deoxidation cylinder.

[Claim 3] The removal approach of the oxygen from the oxygen content inert gas according to claim 2 characterized by filling up in a cassette where this easy-oxidizable ingredient is intermingled with a thermally conductive ingredient.

[Claim 4] The removal approach of the oxygen from claim 2 characterized by being formed with the perforated plate of the product [side face / outside] made from a metal or an inorganic material at least of a cassette, or the network, or oxygen content inert gas given in 3.

[Claim 5] The removal approach of the oxygen from oxygen content inert gas given in claim 1 characterized by performing heating of inert gas by the heating means which it had in the deoxidation cylinder thru/or the term of either of 4.

[Claim 6] Within the tubed container equipped with an oxygen content inert gas inlet port and the amount reduction inert gas output port of oxygen which comes to cover a perimeter with a heat insulator, and this tubed container Without contacting the heating means and this heating means with which the location close to an oxygen content inert gas inlet port was equipped The perimeter *****, carbon powder, fiber or rod-like carbon, a porous carbon molding object, It fills up with fibrous, or at least rod-like reduced iron, reduced iron powder and a kind of easy-oxidizable ingredient chosen from from among porous reduced iron molding objects.

Deoxidation equipment from the oxygen content inert gas characterized by coming to have the hollow cassette in which the outside side face is formed at least with the perforated plate or network made from a metal or an inorganic material.

[Claim 7] The oxygen density characterized by coming to connect an air-intake, a steam stripper, the gas decollator equipped with the hollow filament for deoxidation, and deoxidation equipment

according to claim 6 with this order is the manufacturing installation of the nitrogen gas below 0.1 volume %.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the approach and equipment which remove oxygen from oxygen content inert gas. Especially this invention relates to the approach of obtaining the nitrogen gas of hypoxia with which the oxygen density was made below into 0.1 volume %, and its equipment, by using air as a raw material.

[0002]

[Description of the Prior Art] A gas with inactive nitrogen etc. is included by high concentration, and the inert gas with few oxygen gas contents is used in various environments where existence of oxygen is disliked. Where a bomb is filled up with high pressure as the nitrogen gas and argon gas of a high grade, selling supply of the inert gas with such low oxygen gas concentration is carried out. However, depending on an operating environment, use of a high-pressure bomb may be impossible, or it may be unsuitable. Moreover, after carrying out specified quantity use of the inert gas with which the bomb was filled up again, there is also a problem that it must exchange. Therefore, when using nitrogen gas as inert gas, it is used from air in a use site in many cases, separating nitrogen gas, and for the purpose, the interior is made hollow and, generally the gas separation hollow filament (generally called a hollow fiber or gas permeation membrane) in which the macromolecule resin film which gave the gas separation property to the perimeter was formed is used.

[0003] The usual hollow fiber carries out separation removal of the oxygen out of air, and although nitrogen concentration is a means very useful for obtaining the nitrogen gas of the concentration of extent 99% (volume % being mean especially on these specifications unless it refuses), it needs to carry a complicated process with extraordinary difficulty that nitrogen concentration obtains 99.9% or more (that is, an oxygen density 0.1% or less) of nitrogen gas.

[0004] The artificer of this invention is inquiring about the process which manufactures the nitrogen gas of about 99% of purity centering on the nitrogen gas making equipment which can be used in favor of the soldering actuation under nitrogen-gas-atmosphere mind until now, and the result is already exhibited by JP,10-87305,A etc.

[0005]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] In recent years, the demand to the approach of obtaining the nitrogen gas of a high grade with easy equipment is increasing. For example, also in the soldering actuation under the above-mentioned nitrogen-gas-atmosphere mind, the demand to the nitrogen gas of a high grade is high. However, as mentioned above, it is only being able to obtain the nitrogen gas of about 99% of purity in the air separation method which usually uses the usual hollow fiber by the approach, and it is not easy to obtain the nitrogen gas of the high grade beyond it.

[0006]

[Means for Solving the Problem] In many cases, the nitrogen gas of the high grade demanded there does not mean the nitrogen gas of a hypoxia content, and this invention person has noticed that the purity of nitrogen gas does not necessarily need to be high, as a result of analyzing the purpose of manufacture of the nitrogen gas of a high grade. That is, for the application of a large

majority of nitrogen gas, the nitrogen gas itself is not needed, but it is used in order to form an anoxia ambient atmosphere or a hypoxia concentration ambient atmosphere. Therefore, when changing oxygen into the non-oxidizing quality gas, in the usual application, the recognition which is equal to the nitrogen gas of high purity that hypoxia concentration nitrogen gas should be obtained was reached.

[0007] In order to remove oxygen from nitrogen gas until now based on the above-mentioned viewpoint, make oxygen content nitrogen gas react with hydrocarbon gas, such as hydrogen or a commercial butane, and a liquefied petroleum gas, at an elevated temperature, it is made to burn, and the approach of making generate water and separating is proposed. However, since hydrogen gas and hydrocarbon gas have explosivity in itself, it has not resulted [from the reasons that advanced cautions are required of handling, nil why the separation of water to generate is not easy, etc.] in practical use.

[0008] this invention person continued research further from same viewpoint, and could use for high grade nitrogen gas instead, and manufacture completed the manufacture approach of hypoxia concentration inert gas, such as a manufacturing installation of hypoxia concentration inert gas, such as easy hypoxia concentration nitrogen gas, and hypoxia concentration nitrogen gas.

[0009] While an oxygen density heats the inert gas below 1 volume % and subsequently keeps this inert gas warm, this invention The reduced iron of the shape of the carbon of the shape of carbon powder, fibrous, or a rod, a porous carbon molding object, fibrous, or a rod, It is in the approach of removing oxygen from the oxygen content inert gas characterized by passing the interior of the deoxidation cylinder by which it fills up with at least reduced iron powder and a kind of easy-oxidizable ingredient chosen from among porous reduced iron molding objects, making this easily-oxidizable ingredient contacting.

[0010] This invention again within the tubed container equipped with an oxygen content inert gas inlet port and the amount reduction inert gas extraction opening of oxygen which comes to cover a perimeter with a heat insulator, and this tubed container Without contacting the heating means and this heating means with which the location close to an oxygen content inert gas inlet port was equipped The perimeter *****, carbon powder, fiber or rod-like carbon, a porous carbon molding object, It fills up with fibrous, or at least rod-like reduced iron, reduced iron powder and a kind of easy-oxidizable ingredient chosen from among porous reduced iron molding objects. An outside side face is also in deoxidation equipment at least from the oxygen content inert gas characterized by coming to have the hollow cassette currently formed with the perforated plate or network made from a metal or an inorganic material.

[0011] As for the deoxidation equipment from the oxygen content inert gas of above-mentioned this invention, it is desirable to use combining the equipment for removing oxygen from air using a hollow fiber, and obtaining nitrogen gas. Therefore, this invention has the oxygen density which comes to connect an air-intake, a steam stripper, the gas decollator equipped with the hollow filament for deoxidation, and the deoxidation equipment of above-mentioned this invention with this order also in the manufacturing installation of the nitrogen gas below 0.1 volume %.

[0012]

[Embodiment of the Invention] The desirable mode of this invention is indicated below.

(1) It fills up in the cassette by which the outside side face which the easy-oxidizable ingredient prepared independently was formed from foam, and this cassette is held in the deoxidation cylinder.

- (2) The easy-oxidizable ingredient is filled up with the condition of having been intermingled with the thermally conductive ingredient, in the cassette.
- (3) It is formed with the perforated plate of the product [side face / outside] made from a metal or an inorganic material at least of a cassette, or the network.
- (4) Heating of inert gas is performed by the heating means which it had in the deoxidation cylinder.

[0013] Next, the manufacture approach of the hypoxia content inert gas incorporating the deoxidation equipment, the deoxidation approach, and this deoxidation equipment from oxygen content inert gas of this invention is explained, referring to a drawing. In addition, as mentioned above, although the inert gas of this invention is not restricted to nitrogen gas, it explains to below considering nitrogen gas as a representative of inert gas for the facilities of explanation.

[0014] Drawing 1 is the elevation surface sectional view showing the example of the configuration of the deoxidation equipment 11 from the oxygen content inert gas according to this invention. namely, with the typical configuration of the deoxidation equipment 11 of this invention Inside [it has the oxygen content inert gas inlet port 12 and the amount reduction inert gas output port 13 of oxygen, and the perimeter is covered with the heat insulator 14] the tubed container 15 and the tubed container 15 the heating means (nichrome wire 16a wound around the coiled form --) with which the location close to the oxygen content inert gas inlet port 12 is equipped And, without contacting tubed ceramic heater 16b and the heating means 16a and 16b The perimeter *****, carbon powder, fiber or rod-like carbon, a porous carbon molding object, It fills up with fibrous, or at least rod-like reduced iron, reduced iron powder and a kind of easy-oxidizable ingredient 17 chosen from among porous reduced iron molding objects. The outside side face is equipped with the hollow cassette 18 currently formed with the perforated plate (the example, punching metal sheet) or network (the example, metal network) made from a metal or an inorganic material at least. In addition, the location immediately under a heating means is equipped with the thermocouple 19 for measuring the temperature of the heated gas. The temperature conditions of the temperature of a heating gas are controllable by controlling heating conditions, measuring heating gas temperature with this thermocouple 19.

[0015] Drawing 2 is the horizontal sectional view of the hollow cassette 18 of drawing 1 . As for the hollow cassette 18, it is desirable to be divided by the porous batch member prepared along the perpendicular direction as shown in drawing 2 . The maldistribution of the easy-oxidizable ingredient 17 with which the interior of the hollow cassette which is easy to generate in the case of conveyance of the hollow cassette 18 is filled up by such partition is avoidable.

[0016] If it explains in more detail about the deoxidation equipment 11 shown in drawing 1 , in order to maintain the temperature of the hot gas which heated it inside around this tubed container 15 although the tubed container 15 was usually manufactured from heat-resistant metallic material sheets, such as a steel plate, a heat insulator (for example, glass wool material or the hemi ape by NICHIA CORP.) will be arranged. The tubed container 15 usually has a good cross section also as a polygonal rectangular pipe mold, although cylindrical is used.

[0017] It prepares for the location where a gas heating means approaches an oxygen content inert gas inlet port inside 11 in a tubed container. Either is sufficient, although nichrome wire 16a and tubed ceramic heater 16b which were wound around the coiled form are put together and it prepares for the deoxidation equipment of drawing 1 . Or as a heating means, it is independent, or the heating means of direct [, such as a kanthal heater, an erema heating element heater various infrared heaters, a carbon lamp heater, a halogen lamp, semiconductor laser (an example, YAG laser), carbon dioxide gas laser, and a light beam, / various kinds of] or an indirect type

can be combined and used.

[0018] The carbon powder which reacts with the oxygen in a non-processing gas around a heating means, and generates in it the carbon dioxide which is a non-oxidizing quality gas, Fiber or rod-like carbon, a porous carbon molding object (an example, carbon molding object of honeycomb structure), Or fibrous or a kind of easy-oxidizable [at least] ingredient 17 chosen from among rod-like reduced iron, reduced iron powder, and a porous reduced iron molding object (an example, reduced iron molding object of honeycomb structure) which can react with oxygen and can be fixed as an iron oxide is arranged. In order to attain promotion of a reaction with a heating gas, and equalization, an easy-oxidizable ingredient can be made intermingled with thermally conductive ingredients, such as metal particles, a metal wire rod, and a metal matrix, and can also be used.

[0019] As for these easy-oxidizable ingredients, it is desirable to arrange so that a heating means may not be contacted for insurance. It is the purpose of exchange of an easy-oxidizable ingredient that reactivity fell as a result of continuing isolation with this easy-oxidizable ingredient and a heating means, and gaseous deoxidation processing, and, as for an easy-oxidizable ingredient, it is advantageous to use, where the dismountable container (cassette) prepared independently is filled up. In order to avoid contact for a heating means as shown in drawing 1 and drawing 2 , as for this cassette, it is desirable to take the configuration by which a crevice or space was formed in the central part.

[0020] Also as for the inner circumference side side face of the side near a heating means with desirable [the container (cassette) of an easy-oxidizable ingredient] and the periphery side side face being formed at least from the porous sheet (an example, a punching metal sheet, a metal network, ceramic honeycomb sheet), being formed from the porous sheet is desirable.

[0021] Next, how to perform deoxidation in an oxygen content gas using the deoxidation equipment 11 of drawing 1 is explained. An oxygen density can use the deoxidation equipment of this invention in favor of processing of about 0.1 - 1% (especially in this specification, unless it refuses, volume % is meant) of inert gas. Although it is also possible to use the deoxidation equipment of this invention for the deoxidation of inert gas with a still higher oxygen density, since deoxidation from the inert gas of such hyperoxia concentration can be efficiently carried out by a well-known hollow filament oxygen demarcation membrane etc., for such the purpose, it cannot be said that the practical effectiveness of the deoxidation equipment of this invention is high.

[0022] An oxygen density is introduced in deoxidation equipment from the oxygen content inert gas inlet port 12 of drawing 1 , and inert gas, such as about 0.1 - 1% of nitrogen gas, is continuously heated by the temperature of about 300-1000 degrees C with the heating means 16a and 16b. Whenever [this stoving temperature] can be automatically adjusted with hand control, measuring the temperature of a heating gas with a thermocouple 19.

[0023] The heated oxygen content gas is introduced into the interior of the cassette 18 by which it subsequently fills up with the easy-oxidizable ingredient 17, and immobilization is performed there as conversion (when an easy-oxidizable ingredient is a carbonaceous ingredient) to the carbon dioxide of oxygen, or an iron oxide of oxygen (when an easy-oxidizable ingredient is reduced iron). The inert gas which the oxygen content reduced is taken out from the gas outlet (the amount reduction inert gas output port of oxygen) 13. Thus, although the oxygen density in the taken-out amount reduction inert gas of oxygen is based also on the oxygen density in the non-processing gas introduced into equipment, it usually becomes about 0.1 - 0.0001%.

[0024] The deoxidation equipment of this invention can be used by separating oxygen from air

especially in favor of the further deoxidation of the nitrogen gas which reduced the oxygen density beforehand. the approach separation of the oxygen from air uses an oxygen demarcation membrane (hollow filament oxygen demarcation membrane), the approach using oxygen adsorption material, and PSA -- although there is law etc., the approach using a hollow filament oxygen demarcation membrane can use advantageously. Therefore, as for the deoxidation equipment of this invention, it is desirable to use by the hollow filament oxygen demarcation membrane, combination, and its downstream.

[0025] The method of separating the oxygen in air using a hollow filament oxygen demarcation membrane, and manufacturing the nitrogen gas whose oxygen density is about 0.1 - 1% is indicated in detail by above-mentioned JP,10-87305,A. Therefore, as a hollow filament oxygen demarcation membrane combined with the deoxidation equipment of this invention, the hollow filament oxygen demarcation membrane and attachment of a publication can be used for this JP,10-87305,A.

[0026] The conceptual diagram of the equipment with which an oxygen density manufactures 0.1% or less of nitrogen gas from air is shown in drawing 3 combining the oxygen decollator of this invention, and hollow filament oxygen demarcation membrane equipment.

[0027] the air adopted from the air-intake 31 in drawing 3 -- a mist separator (steam decollator) 32 -- a passage -- a steam -- separation is performed, subsequently separation of oxygen is performed in the hollow filament oxygen demarcation membrane equipment 33 with which it had many hollow filaments in parallel, and the nitrogen gas whose oxygen density is about 0.1 - 1% is obtained. And subsequently to the deoxidation equipment 11 of this invention this oxygen content nitrogen gas is introduced, and deoxidation actuation is performed as mentioned above. The obtained amount reduction nitrogen gas of oxygen is used for various kinds of purposes, such as a soldering activity for example, under nitrogen-gas-atmosphere mind, as hypoxia content nitrogen gas, after an oxygen density is measured by the oxygen density sensor 34 with which the downstream of deoxidation equipment was equipped at arbitration.

[0028]

[Effect of the Invention] By using the deoxidation equipment of this invention, especially an oxygen density can manufacture easily the inert gas which the oxygen density reduced further safely from inert gas, such as 0.1 - 1% of nitrogen gas. And an oxygen density can manufacture [an oxygen density] easily 0.01% or less of especially nitrogen gas safely 0.1% or less from about 20% of air by arranging the deoxidation equipment of this invention to the downstream of oxygen decollators, such as a hollow filament oxygen demarcation membrane effective in removal of the oxygen in air.

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2001-314727
(P2001-314727A)

(43) 公開日 平成13年11月13日 (2001. 11. 13)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	ターム* (参考)
B 0 1 D 53/14		B 0 1 D 53/14	B 4 D 0 0 6
53/22		53/22	4 D 0 2 0
63/02		63/02	
C 0 1 B 21/04		C 0 1 B 21/04	B

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願2000-135593 (P2000-135593)

(22) 出願日 平成12年 5 月 9 日 (2000. 5. 9)

(71) 出願人 594033813

株式会社大成化研

兵庫県姫路市新在家中の町10番29号

(72) 発明者 松原 賢政

兵庫県姫路市新在家中の町10番29号 株式
会社大成化研内

(74) 代理人 100074675

弁理士 柳川 泰男

F ターム (参考) 4D006 GA41 HA01 KB30 KD02 KD19

KE12P KE13P MA01 MB04

PA05 PB17 PB62 PB63 PC80

4D020 AA02 BA04 BA30 BB01 CA05

CC11 CC13 CC21 DA03 DB03

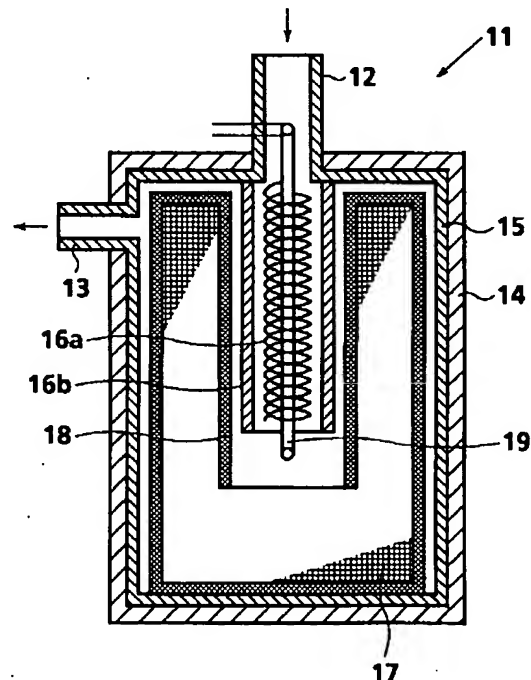
DB06

(54) 【発明の名称】 酸素含有不活性気体からの酸素の除去方法及装置

(57) 【要約】

【課題】 酸素濃度を非常に低くした窒素ガスなどの不活性ガスを、構成が単純で、かつ簡易な装置を用いて製造する。

【解決手段】 酸素濃度が1体積%以下の不活性気体を加熱し、次いで該不活性気体を保温しながら、炭素粉末、繊維状もしくは棒状の炭素、多孔性炭素成型体、繊維状もしくは棒状の還元鉄、還元鉄粉末、および多孔性還元鉄成型体などの易酸化性材料が充填されている脱酸素筒の内部を、該易酸化材料に接触させながら通過させて酸素含有不活性気体から酸素を除去する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 酸素濃度が1体積%以下の不活性気体を加熱し、次いで該不活性気体を保温しながら、炭素粉末、繊維状もしくは棒状の炭素、多孔性炭素成型体、繊維状もしくは棒状の還元鉄、還元鉄粉末、および多孔性還元鉄成型体のうちから選ばれた少なくとも一種の易酸化性材料が充填されている脱酸素筒の内部を、該易酸化材料に接触させながら通過させることを特徴とする酸素含有不活性気体から酸素を除去する方法。

【請求項2】 該易酸化性材料が、別に用意した多孔性外側側面を有するカセット内に充填され、該カセットが脱酸素筒内に収容されていることを特徴とする請求項1に記載の酸素含有不活性気体からの酸素の除去方法。

【請求項3】 該易酸化性材料が熱伝導性材料と混在した状態でカセット内に充填されていることを特徴とする請求項2に記載の酸素含有不活性気体からの酸素の除去方法。

【請求項4】 カセットの少なくとも外側側面が金属もしくは無機材料製の多孔板もしくは網により形成されていることを特徴とする請求項2もしくは3に記載の酸素含有不活性気体からの酸素の除去方法。

【請求項5】 不活性気体の加熱が脱酸素筒内に備えられた加熱手段により行なわれることを特徴とする請求項1乃至4のうちのいずれかの項に記載の酸素含有不活性気体からの酸素の除去方法。

【請求項6】 酸素含有不活性気体入口と酸素量低減不活性気体取り出し口とを備え、周囲が断熱材で覆われる筒状容器、該筒状容器内で、酸素含有不活性気体入口に近接する位置に備えられた加熱手段、該加熱手段に接触することなく、その周囲設けられた、炭素粉末、繊維状もしくは棒状の炭素、多孔性炭素成型体、繊維状もしくは棒状の還元鉄、還元鉄粉末、および多孔性還元鉄成型体のうちから選ばれた少なくとも一種の易酸化性材料が充填され、少なくとも外側側面が金属もしくは無機材料製の多孔板もしくは網により形成されている中空カセットを備えてなることを特徴とする酸素含有不活性気体からの酸素除去装置。

【請求項7】 空気取入れ口、水蒸気除去装置、酸素除去用の中空糸を備えた気体分離装置、そして請求項6に記載の酸素除去装置をこの順に連結してなることを特徴とする酸素濃度が0.1体積%以下の窒素ガスの製造装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、酸素含有不活性気体から酸素を除去する方法および装置に関する。本発明は特に、空気を原料として、酸素濃度が0.1体積%以下とされた低酸素の窒素ガスを得る方法と、その装置に関する。

【0002】

【従来の技術】窒素などの不活性な気体を高濃度で含み、酸素ガス含有量が少ない不活性ガスは、酸素の存在を嫌う様々な環境において用いられている。そのような酸素ガス濃度が低い不活性ガスは、高純度の窒素ガスやアルゴンガスとして高圧にてボンベに充填した状態で販売供給されている。しかしながら、使用環境によっては、高圧ボンベの使用が不可能か、あるいは不適当な場合がある。また、またボンベに充填した不活性ガスを所定量使用した後は、交換しなければならないという問題もある。従って、不活性ガスとして窒素ガスを用いる場合には、使用現場で、空気から窒素ガスを分離して使用することも多く、その目的のためには、内部を中空にし、その周囲に気体分離特性を付与した高分子樹脂膜を形成した気体分離中空糸（一般に、中空糸膜あるいは気体分離膜ともよばれる）が一般的に用いられている。

【0003】通常の中空糸膜は、空気中から酸素を分離除去し、窒素濃度が99%（本明細書では、特に断らない限り、体積%を意味する）程度の濃度の窒素ガスを得るには非常に有用な手段であるが、窒素濃度が99.9%以上（すなわち、酸素濃度が0.1%以下）の窒素ガスを得ることは非常に困難を伴うか、あるいは複雑な工程を実施する必要がある。

【0004】本発明の発明者は、これまでに窒素雰囲気下での半田付け操作に有利に利用できる窒素ガス製造装置を中心にして、純度99%程度の窒素ガスを製造するプロセスについて研究を行なってきたおり、その成果は既に特開平10-87305号公報などによって公開されている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】近年、簡単な装置で高純度の窒素ガスを得る方法への要求が高まっている。たとえば、上記の窒素雰囲気下での半田付け操作においても、高純度の窒素ガスへの要求が高い。しかしながら、前述のように、通常の中空糸膜を通常方法で用いる空気分離法では、純度99%程度の窒素ガスを得ることができのみで、それ以上の高純度の窒素ガスを得ることは容易ではない。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者は、高純度の窒素ガスの製造という目的を分析した結果、多くの場合には、そこで要求されている高純度の窒素ガスとは、低酸素含量の窒素ガスを意味するものであって、必ずしも窒素ガスの純度が高い必要がないことに気が付いた。すなわち、大多数の窒素ガスの用途では、窒素ガス自体を必要とするのではなく、無酸素雰囲気あるいは低酸素濃度雰囲気を形成するために利用されているのである。従って、酸素を非酸化性気体に変換すれば、通常の用途に於いては、高い純度の窒素ガスに匹敵する、低酸素濃度窒素ガスが得られるはずであるという認識に到達した。

【0007】これまでに上記の観点に基づいて窒素ガス

から酸素を除くために、酸素含有窒素ガスを高温で水素あるいはブタンガスやプロパンガスなどの炭化水素ガスと反応させて燃焼させ、水を生成させて分離する方法が提案されている。しかしながら、水素ガスや炭化水素ガスは、それ自体爆発性があるため取扱に高度の注意が要求されること、そして生成する水の分離が容易でないことなどの理由から実用に至っていない。

【0008】本発明者は、同様の観点からさらに研究を続け、高純度窒素ガスに代りに利用でき、製造が容易な、低酸素濃度窒素ガスなどの低酸素濃度不活性気体の製造装置、そして低酸素濃度窒素ガスなどの低酸素濃度不活性気体の製造方法を完成した。

【0009】本発明は、酸素濃度が1体積%以下の不活性気体を加熱し、次いで該不活性気体を保温しながら、炭素粉末、繊維状もしくは棒状の炭素、多孔性炭素成型体、繊維状もしくは棒状の還元鉄、還元鉄粉末、および多孔性還元鉄成型体のうちから選ばれた少なくとも一種の易酸化性材料が充填されている脱酸素筒の内部を、該易酸化材料に接触させながら通過させることを特徴とする酸素含有不活性気体から酸素を除去する方法にある。

【0010】本発明はまた、酸素含有不活性気体入口と酸素量低減不活性気体取りだし口とを備え、周囲が断熱材で覆われてなる筒状容器、該筒状容器内で、酸素含有不活性気体入口に近接する位置に備えられた加熱手段、該加熱手段に接触することなく、その周囲設けられた、炭素粉末、繊維もしくは棒状の炭素、多孔性炭素成型体、繊維状もしくは棒状の還元鉄、還元鉄粉末、および多孔性還元鉄成型体のうちから選ばれた少なくとも一種の易酸化性材料が充填され、少なくとも外側側面が金属もしくは無機材料製の多孔板もしくは網により形成されている中空カセットを備えてなることを特徴とする酸素含有不活性気体からの酸素除去装置にもある。

【0011】上記の本発明の酸素含有不活性気体からの酸素除去装置は、中空糸膜を用いて空気から酸素を除去して窒素ガスを得るための装置と組合わせて用いることが好ましい。従って、本発明は、空気取入れ口、水蒸気除去装置、酸素除去用の中空糸を備えた気体分離装置、そして上記の本発明の酸素除去装置をこの順に連結してなる、酸素濃度が0.1体積%以下の窒素ガスの製造装置にもある。

【0012】

【発明の実施の形態】本発明の好ましい態様を以下に記載する。

(1) 易酸化性材料が、別に用意した外側側面が多孔性材料から形成されたカセット内に充填され、該カセットが脱酸素筒内に収容されている。

(2) 易酸化性材料が熱伝導性材料と混在した状態でカセット内に充填されている。

(3) カセットの少なくとも外側側面が金属もしくは無機材料製の多孔板もしくは網により形成されている。

(4) 不活性気体の加熱が脱酸素筒内に備えられた加熱手段により行なわれる。

【0013】次に、本発明の酸素含有不活性気体からの酸素除去装置、酸素除去方法、そしてこの酸素除去装置を組み込んだ低酸素含量不活性ガスの製造方法について、図面を参照しながら説明する。なお、前記のように、本発明の不活性ガスは、窒素ガスに限られるものではないが、説明の便宜のために、窒素ガスを不活性ガスの代表として、以下に説明を行なう。

【0014】図1は、本発明に従う酸素含有不活性気体からの酸素除去装置11の構成の例を示す立面断面図である。すなわち、本発明の酸素除去装置11の代表的構成では、酸素含有不活性気体入口12と酸素量低減不活性気体取り出し口13とを備え、周囲が断熱材14で覆われている筒状容器15、筒状容器15の内部で、酸素含有不活性気体入口12に近接する位置に備えられている加熱手段(コイル状に巻かれたニクロム線16a、及び筒状セラミックヒーター16b)、そして加熱手段16a、16bに接触することなく、その周囲設けられた、炭素粉末、繊維もしくは棒状の炭素、多孔性炭素成型体、繊維状もしくは棒状の還元鉄、還元鉄粉末、および多孔性還元鉄成型体のうちから選ばれた少なくとも一種の易酸化性材料17が充填され、少なくとも外側側面が金属もしくは無機材料製の多孔板(例、パンチングメタルシート)もしくは網(例、金属網)により形成されている中空カセット18を備えている。なお、加熱手段のすぐ下の位置には、加熱された気体の温度を測定するための熱電対19が備えられている。この熱電対19によって、加熱気体の温度の温度条件を制御することができる。

【0015】図2は、図1の中空カセット18の水平断面図である。図2に示されているように、中空カセット18は、垂直方向に沿って設けられている多孔性仕切部材によって区画されていることが望ましい。このような区画によって、中空カセット18の搬送の際に発生しやすい中空カセットの内部に充填されている易酸化性材料17の偏在が回避できる。

【0016】図1に示した酸素除去装置11についてさらに詳しく説明すると、筒状容器15は通常、鋼板などの耐熱性の金属材料シートから製造されるが、この筒状容器15の周囲には、内部で加熱した高温の気体の温度を維持するために断熱材(例えば、ガラスウール材、あるいは(株)ニチアス製ヘミサル)が配設される。筒状容器15は通常、円筒型が用いられるが、断面が多角形の角筒型としてもよい。

【0017】筒状容器内11の内部には、気体加熱手段が酸素含有不活性気体入口に近接する位置に備えられる。図1の酸素除去装置には、コイル状に巻かれたニクロム線16aと筒状セラミックヒーター16bとが組み

合わされて備えられているが、いずれか一方でもよい。あるいは、加熱手段として、カンタルヒーター、エレマ発熱体ヒーター、各種赤外線ヒーター、カーボンランプヒーター、ハロゲンランプ、半導体レーザー（例、YAGレーザー）、二酸化炭素レーザー、光ビームなどの各種の直接あるいは間接式の加熱手段を単独で、あるいは組合わせて用いることができる。

【0018】加熱手段の周囲には、非処理気体中の酸素と反応して非酸化性気体である二酸化炭素を生成する炭素粉末、繊維もしくは棒状の炭素、多孔性炭素成型体（例、ハニカム構造の炭素成型体）、あるいは酸素と反応して酸化鉄として固定することのできる繊維状もしくは棒状の還元鉄、還元鉄粉末、および多孔性還元鉄成型体（例、ハニカム構造の還元鉄成型体）のうちから選ばれた少なくとも一種の易酸化性材料17が配置される。易酸化性材料は、加熱気体との反応の促進や、均一化を図るために、金属粒子、金属線材、金属マトリックスなどの熱伝導性材料と混在させて用いることもできる。

【0019】これらの易酸化性材料は、安全のために、加熱手段と接触しないように配置することが好ましい。この易酸化性材料と加熱手段との隔離、そして気体の酸素除去処理を続けた結果反応性が低下した易酸化性材料の交換の目的で、易酸化性材料は別に用意した取り外し可能な容器（カセット）に充填した状態で用いることが有利である。このカセットは、図1と図2に示されているように、加熱手段との接触を避けるために、中央部分に凹部あるいは空間が形成された形状をとることが望ましい。

【0020】易酸化性材料の容器（カセット）は、少なくとも外周側面が多孔性シート（例、パンチングメタルシート、金属網、セラミックハニカムシート）から形成されていることが好ましく、また加熱手段に近い側の内周側面もまた、多孔性シートから形成されていることが好ましい。

【0021】次に、図1の酸素除去装置11を用いて酸素含有気体中の酸素除去を行なう方法を説明する。本発明の酸素除去装置は、酸素濃度が約0.1～1%（本明細書においては、特に断らない限り、体積%を意味する）の不活性気体の処理に有利に利用できる。本発明の酸素除去装置を酸素濃度がさらに高い不活性気体の酸素除去のために用いることも可能であるが、そのような高酸素濃度の不活性気体からの酸素除去は、公知の中空糸酸素分離膜などによって効率良く実施することができることから、そのような目的では、本発明の酸素除去装置の実用的効果は高いとはいえない。

【0022】酸素濃度が約0.1～1%の窒素ガスなどの不活性気体は、図1の酸素含有不活性気体入口12から酸素除去装置内に導入され、つづいて加熱手段16a、16bによって、例えば、300～1000℃程度の温度に加熱される。この加熱温度は、熱電対19で加

熱気体の温度を測定しながら自動的にあるいは手動により調節することができる。

【0023】加熱された酸素含有気体は、次いで易酸化性材料17が充填されているカセット18の内部に導入され、そこで酸素の二酸化炭素への変換（易酸化性材料が炭素質材料の場合）あるいは酸素の酸化鉄として固定（易酸化性材料が還元鉄である場合）が行なわれる。酸素含量が低減した不活性気体は、気体出口（酸素量低減不活性気体取り出し口）13から取り出される。このようにして取り出された酸素量低減不活性気体中の酸素濃度は、装置に導入された非処理気体中の酸素濃度にもよるが、通常、0.1～0.0001%程度になる。

【0024】本発明の酸素除去装置は、空気から酸素を分離することによって、予め酸素濃度を低減した窒素ガスのさらなる脱酸素に特に有利に用いることができる。空気からの酸素の分離は、酸素分離膜（中空糸酸素分離膜）を用いる方法、酸素吸着材を用いる方法、PSA法などがあるが、中空糸酸素分離膜を用いる方法が有利に利用できる。従って、本発明の酸素除去装置は中空糸酸素分離膜と組合わせ、その下流側で用いることが好ましい。

【0025】空気中の酸素を中空糸酸素分離膜を利用して分離し、酸素濃度が0.1～1%程度の窒素ガスを製造する方法は、前述の特開平10-87305号公報に詳しく記載されている。従って、本発明の酸素除去装置と組合わせる中空糸酸素分離膜としては、この特開平10-87305号公報に記載の中空糸酸素分離膜と付属装置を利用することができる。

【0026】本発明の酸素分離装置と中空糸酸素分離膜装置とを組合わせて、空気から酸素濃度が0.1%以下の窒素ガスを製造する装置の概念図を図3に示す。

【0027】図3において、空気取入れ口31から取り入れられた空気はミストセパレータ（水蒸気分離装置）32を通り、水蒸気の分離が行なわれ、ついで、多数の中空糸が並行して備えられた中空糸酸素分離膜装置33において、酸素の分離が行なわれ、酸素濃度が0.1～1%程度の窒素ガスが得られる。そして、この酸素含有窒素ガスは、次いで本発明の酸素除去装置11に導入され、前述のようにして酸素除去操作が行なわれる。得られた酸素量低減窒素ガスは、酸素除去装置の下流側に任意に備えられた酸素濃度センサ34で酸素濃度が測定されたのち、低酸素含量窒素ガスとして、例えば、窒素ガス雰囲気下での半田付け作業などの各種の目的に用いられる。

【0028】

【発明の効果】本発明の酸素除去装置を用いることにより、酸素濃度が特に0.1～1%の窒素ガスなどの不活性ガスから酸素濃度がさらに低減した不活性ガスを容易にかつ安全に製造することができる。そして、本発明の酸素除去装置を、空気中の酸素の除去に有効な中空糸酸

素分離膜などの酸素分離装置の下流側に配置することによって、酸素濃度が約20%の空気から酸素濃度が0.1%以下、特に0.01%以下の窒素ガスを容易に、かつ安全に製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に従う酸素含有不活性気体からの酸素除去装置の構成の例を示す立面断面図である。

【図2】図1の易酸化性材料を充填したカセットの水平断面図である。

【図3】公知の中空糸酸素分離膜装置と本発明の酸素除去装置とを組合わせた、空気中から酸素濃度が0.1%以下の窒素ガスを得るための装置の例である。

【符号の説明】

11 酸素除去装置

12 酸素含有不活性気体入口

13 酸素量低減不活性気体取り出し口

14 断熱材

15 筒状容器

16a 加熱手段(コイル状に巻かれたニクロム線)

16b 加熱手段(筒状セラミックヒーター)

17 易酸化性材料

18 カセット

19 熱電対

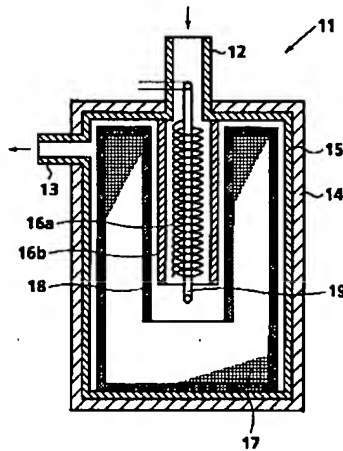
10 31 空気取入れ口

32 ミストセパレータ

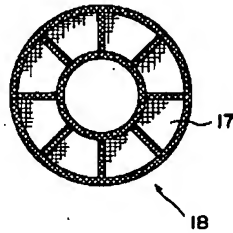
33 中空糸酸素分離膜

34 酸素濃度センサ

【図1】



【図2】



【図3】

